

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2001-081390

(43)Date of publication of application : 27.03.2001

(51)Int.Cl.

C09D 17/00
 C08J 3/03
 C08J 3/075
 C08J 3/20
 C08L 33/00
 C09D 5/00
 C09D 11/00
 C09D133/00

(21)Application number : 11-264731

(71)Applicant : TOYO INK MFG CO LTD

(22)Date of filing : 20.09.1999

(72)Inventor : SUZUKI YOSHIKO
 CHIYOU SOKABE HIROSHI
 UNO MINORU
 ITABASHI MASASHI

(54) AQUEOUS PIGMENT DISPERSION, ITS PRODUCTION AND ITS USE

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain an aqueous pigment dispersion capable of providing an aqueous coating composition having the same fluidity, storage stability, luster of coating film, clarity, tinting strength, etc., as those of oily coating material and an oily ink and to provide a method for producing the aqueous pigment dispersion.

SOLUTION: This aqueous pigment dispersion is obtained by a process (1) for kneading (A) a pigment with (B) a resin which is prepared by copolymerizing an ethylenically unsaturated monomer composition composed of (a) an ethylenically unsaturated monomer containing at least one carboxy group in the molecule and (b) an ethylenically unsaturated monomer containing at least one hydroxy group in the molecule and has $\geq 0^\circ$ C Tg by rolls to give a solid chip and a process (2) for dispersing the solid chip into an aqueous medium.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2001-81390

(P2001-81390A)

(43)公開日 平成13年3月27日 (2001.3.27)

(51)Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テ-マコード*(参考)
C 0 9 D 17/00		C 0 9 D 17/00	4 F 0 7 0
C 0 8 J 3/03	CEY	C 0 8 J 3/20	CEY C 4 J 0 0 2
3/075	CEY	C 0 8 L 33/00	4 J 0 3 7
3/20	CEY	C 0 9 D 5/00	A 4 J 0 3 8
C 0 8 L 33/00		11/00	4 J 0 3 9

審査請求 未請求 請求項の数 7 OL (全 13 頁) 最終頁に続く

(21)出願番号 特願平11-264731

(71)出願人 000222118

東洋インキ製造株式会社

東京都中央区京橋2丁目3番13号

(22)出願日 平成11年9月20日 (1999.9.20)

(72)発明者 鈴木 美子

東京都中央区京橋二丁目3番13号 東洋インキ製造株式会社内

(72)発明者 長曾我部 浩

東京都中央区京橋二丁目3番13号 東洋インキ製造株式会社内

(72)発明者 宇野 稔

東京都中央区京橋二丁目3番13号 東洋インキ製造株式会社内

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 水性顔料分散体、その製造方法およびその利用

(57)【要約】

【課題】油性塗料、油性インキと同様の流動性、貯蔵安定性、皮膜の光沢、鮮明性、着色力等を有する水性被覆性組成物、さらに該組成物を提供し得る水性顔料分散体およびその製造方法を提供すること。

【解決手段】(A)顔料、(B) (a)分子内に少なくとも1つのカルボン酸基を有するエチレン性不飽和単量体および(b)分子内に少なくとも1つの水酸基を有するエチレン性不飽和単量体を含有するエチレン性不飽和単量体組成物を共重合せしめることにより得られるTg0℃以上の樹脂をロールにより混練し、固形チップとする工程(1)、及び該固形チップを水性媒体に分散する工程(2)により得られることを特徴とする水性顔料分散体、およびその製造方法、さらに該水性顔料分散体を用いた水性被覆性組成物。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 (A) 顔料、および (B) (a) 分子内に少なくとも1つのカルボン酸基を有するエチレン性不飽和単量体および (b) 分子内に少なくとも1つの水酸基を有するエチレン性不飽和単量体を含有するエチレン性不飽和単量体組成物を共重合せしめることにより得られるTg 0°C以上の樹脂をロールにより混練し、固体チップとする工程(1)、及び該固体チップを水性媒体に分散する工程(2)により得られることを特徴とする水性顔料分散体。

【請求項2】 工程(1)が、(C) 水及び/または水混和性有機溶剤の存在下に行われることを特徴とする請求項1記載の水性顔料分散体。

【請求項3】 工程(2)で得られた分散体をメディア型分散機により更に分散する工程(3)を経て得られることを特徴とする請求項1または2記載の水性顔料分散体。

【請求項4】 工程(1)又は(2)が、塩基性有機色素誘導体の存在下に行われることを特徴とする請求項1～3いずれか記載の水性顔料分散体。

【請求項5】 工程(2)が、アルカリ化合物の存在下に行われることを特徴とする請求項1～4いずれか記載の水性顔料分散体。

【請求項6】 (A) 顔料、(B) (a) 分子内に少なくとも1つのカルボン酸基を有するエチレン性不飽和単量体および (b) 分子内に少なくとも1つの水酸基を有するエチレン性不飽和単量体を含有するエチレン性不飽和単量体組成物を共重合せしめることにより得られるTg 0°C以上の樹脂をロールにより混練し、固体チップとする工程(1)、ついで該固体チップを水性媒体に分散する工程(2)とを含むことを特徴とする水性顔料分散体の製造方法。

【請求項7】 請求項1～5いずれか記載の水性顔料分散体を含有することを特徴とする水性被覆性組成物。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、分散安定性に優れた水性顔料分散体、およびその製造方法、さらに該顔料分散体を用いた水性被覆性組成物に関する。

【0002】

【従来の技術】 従来、資源保護、環境保全、作業の安定性向上等へのニーズの高まりによって、塗料ならびにインキの水性化が進行しつつある。

【0003】 水性塗料ならびに水性インキに要求される品質は、油性塗料、油性インキと同様の流動性、貯蔵安定性、皮膜の光沢、鮮明性、着色力等である。

【0004】 しかしながら、大部分の顔料は油性の場合に比べ水性ビヒクルに対する顔料分散性等の適性が著しく劣るため、通常の分散方法では満足な品質は得られない。そこで従来、各種の添加剤、例えば水性用顔料分散

樹脂や界面活性剤の使用が検討されてきたが、上記すべての適性を満足し既存の高品質を有する油性塗料または油性インキに匹敵するようなものは得られていない。

【0005】 特に、インクジェットや自動車用塗料のような顔料の微細化が要求される分野では、十分満足される品位が得られていない。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】 前記の種々の欠点を改良し、油性塗料または油性インキと同様の流動性、貯蔵安定性、皮膜の光沢、鮮明性、着色力等を有する水性塗料または水性インキのような水性被覆組成物を提供することである。さらに、該水性被覆組成物を提供し得る水性顔料分散体、およびその製造方法を提供することである。

【0007】

【課題を解決するための手段】 すなわち、第1の発明は、(A) 顔料、および (B) (a) 分子内に少なくとも1つのカルボン酸基を有するエチレン性不飽和単量体および (b) 分子内に少なくとも1つの水酸基を有するエチレン性不飽和単量体を含有するエチレン性不飽和単量体組成物を共重合せしめることにより得られるTg 0°C以上の樹脂をロールにより混練し、固体チップとする工程(1)、及び該固体チップを水性媒体に分散する工程(2)により得られることを特徴とする水性顔料分散体である。

【0008】 第2の発明は、工程(1)が、(C) 水及び/または水混和性有機溶剤の存在下に行われることを特徴とする第1発明記載の水性顔料分散体である。

【0009】 第3の発明は、工程(2)で得られた分散体をメディア型分散機により更に分散する工程(3)を経て得られる第1または第2発明記載の水性顔料分散体である。

【0010】 第4の発明は、工程(1)又は(2)が、塩基性有機色素誘導体の存在下に行われることを特徴とする第1～第3発明いずれか記載の水性顔料分散体である。

【0011】 第5の発明は、工程(2)が、アルカリ化合物の存在下に行われることを特徴とする第1～第4発明いずれか記載の水性顔料分散体である。

【0012】 第6の発明は、(A) 顔料、および (B) (a) 分子内に少なくとも1つのカルボン酸基を有するエチレン性不飽和単量体および (b) 分子内に少なくとも1つの水酸基を有するエチレン性不飽和単量体を含有するエチレン性不飽和単量体組成物を共重合せしめることにより得られるTg 0°C以上の樹脂をロールにより混練し、固体チップとする工程(1)、ついで該固体チップを水性媒体に分散する工程(2)とを含むことを特徴とする水性顔料分散体である。

【0013】 第7の発明は、第1～第5発明いずれか記載の水性顔料分散体を含有することを特徴とする水性被

覆性組成物である。

【0014】

【発明の実施の形態】以下本発明について詳細に説明する。

【0015】本発明で使用される(A)顔料としては、例えば、可溶性および不溶性アゾ顔料、縮合アゾ顔料等のアゾ系顔料、フタロシアニン系顔料、キナクリドン系顔料、インンドリノン系顔料、ペリレン・ペリノン系顔料、ジオキサジン系顔料、アントラキノン系顔料、ジケトピロピロール系顔料、アンスラビリミジン系顔料、アンサンスロン系顔料、インダンスロン系顔料、フラバンスロン系顔料、チオインジゴ系顔料等の有機顔料、カーボンブラック、酸化チタン、黄鉛、カドミウムエロー、カドミウムレッド、弁柄、鉄黒、亜鉛華、紺青、群青等の無機顔料がある。

【0016】本発明で用いられる(B)樹脂は、(a)分子内に少なくとも1つのカルボン酸基を有するエチレン性不饱和单量体および(b)分子内に少なくとも1つの水酸基を有するエチレン性不饱和单量体を含有するエチレン性不饱和单量体組成物を共重合せしめることにより得られるものである。

【0017】(a)分子内に少なくともひとつのカルボン酸基を有するエチレン性不饱和单量体は、特に限定されるものではなく、例えば、アクリル酸、メタクリル酸、2-カルボキシエチルアクリレート、フタル酸モノヒドロキシエチルアクリレート、ω-カルボキシポリカプロラクトンモノアクリレート、マレイン酸、イタコン酸、フマル酸、グルタコン酸、テトラヒドロフタル酸、およびそれらの混合物等が挙げられる。

【0018】(a)分子内に少なくともひとつのカルボン酸基を有するエチレン性不饱和单量体は、エチレン性不饱和单量体中、1～50重量%が好ましい。1重量%以下では顔料分散が十分に行われ難く、50重量%以上では、顔料分散体の増粘等が起こり易く好ましくない。

【0019】(b)分子内に少なくともひとつの水酸基を有するエチレン性不饱和单量体は、特に限定されるものではなく、例えば、例え、2-ヒドロキシエチル(メタ)アクリレート、3-ヒドロキシプロピル(メタ)アクリレート、2-ヒドロキシプロピル(メタ)アクリレート、4-ヒドロキシブチル(メタ)アクリレート、3-ヒドロキシブチル(メタ)アクリレート、2-ヒドロキシブチル(メタ)アクリレート、グリセリン(メタ)アクリレート、ポリエチレングリコールモノ(メタ)アクリレート($n=2 \sim 50$)、ポリカプロラクトン変性ヒドロキシエチル(メタ)アクリレート($n=1 \sim 6$)、エポキシ(メタ)アクリレート、水酸基末端ウレタン(メタ)アクリレート、およびその混合物等が挙げられる。

【0020】(b)分子内に少なくともひとつの水酸基を有するエチレン性不饱和单量体は、エチレン性不饱和

单量体中、1～50重量%が好ましい。1重量%以下では顔料分散が十分に行われ難く、50重量%以上では、顔料分散体の増粘等が起こり易く好ましくない。

【0021】さらに、上記(a)分子内に少なくともひとつのカルボン酸基を有するエチレン性不饱和单量体および(b)分子内に少なくともひとつの水酸基を有するエチレン性不饱和单量体とを含有するエチレン性不饱和单量体組成物は必要に応じてその他のエチレン性不饱和单量体を含有することもできる。その他のエチレン性不饱和单量体としては特に限定されるものではなく、例として、スチレン、ビニルトルエン、(メタ)アクリル酸アルキルエステル、(メタ)アクリロニトリル、ビニルアセテート、ビニルアルキルエーテル等が挙げられる。

【0022】上記エチレン性不饱和单量体の重合は、開始剤の存在下、不活性ガス気流下、50～150℃で2～10時間かけて行われる。必要に応じて溶剤の存在下で行っても差し支えない。

【0023】開始剤としては、ベンゾイルパーオキサイド、クメンヒドロパーオキサイド、t-ブチルヒドロパーオキサイド、ジイソプロピルパーオキシカーボネート、ジt-ブチルパーオキサイド、t-ブチルパーオキシベンゾエート等の有機過酸化物、2,2'-アソビスイソブチロニトリル等のアゾ化合物等が挙げられる。開始剤はエチレン性不饱和单量体100重量部に対して好ましくは1～20重量部使用される。

【0024】また、上記樹脂のTgは0℃以上、好ましくは0～60℃、より好ましくは15～40℃である。0℃以下だとロール混練分散時に均一なシートを得ることができず、作業性に劣り、品質良好なものを得ることができない。

【0025】本発明において、工程(1)における(A)顔料と(B)樹脂の配合量は、(A)顔料100重量部に対し(B)樹脂が5～100重量部が好ましく、特に10～40重量部が好ましい。上記数値より樹脂の配合量が少ないと顔料を分散させる効果が小さく、作業性も悪いので好ましくなく、又、上記数値より樹脂の配合量が多くなっても用いた分の効果が得られない。

【0026】本発明では、工程(1)において、(C)水及び/又は水混和性有機溶剤を添加することが好ましい。水混和性有機溶剤としては、エチルアルコール、イソプロピルアルコール、n-ピロブルアルコール等のアルコール系溶剤や、エチレングリコールまたはジエチレングリコールのモノまたはジアルキルエーテル等が挙げられる。

【0027】更に、工程(1)で添加した(C)水及び/又は水混和性有機溶剤は、固体チップ中に残留していることが好ましく、この場合、固体チップの不揮発分は80～98重量%が好ましい。固体チップの不揮発分が80重量%より小さいとロール混練時の剪断力が不十分なため、塗膜品質が劣るとともに、固体チップ保存時に

固着等の問題を起こしやすい。また固形チップの不揮発分が98%より大きい場合は、工程(2)において固形チップの水性媒体への分散性が劣り、未分散の粗大粒子が塗膜品質の低下を引き起こしやすい。

【0028】本発明におけるロールとしては、2本ロール、3本ロールがあげられる。好ましくは、剪断力が大きい2本ロールが用いられる。

【0029】本発明における工程(2)で使用される水性媒体としては、水のみでも良いが、アルカリ化合物や水混和性有機溶剤を少量添加すると分散が容易になり好ましい。アルカリ化合物としては、例えば、メチルアミン、ジメチルアミン、トリメチルアミン、エチルアミン、ジエチルアミン、トリエチルアミン、2-アミノエタノール、2-ジメチルアミノエタノール、2-ジエチルアミノエタノール等の各種有機アミン化合物、アンモニア、水酸化ナトリウム等に代表される無機塩基性物質、その他、各種の第4級アンモニウム化合物が使用できる。特に、有機アミン化合物が作業性、汎用性の点から好ましい。アルカリ化合物の添加量は、(A)顔料100重量部に対し、0.1~5重量部が好ましい。

【0030】水混和性有機溶剤としては上述したものが使用できる。水混和性有機溶剤の添加量は、(A)顔料100重量部に対して5~30重量部が好ましい。

【0031】又、工程(2)において水性樹脂を添加することが好ましい。添加される水性樹脂のTgは何ら規定されるものでなく、水性インキ、水性塗料等の水性被覆組成物に使用される公知のものの中から選ぶことができる。例として、アクリル系共重合体、スチレンーアクリル酸系共重合体、スチレンーマレイン酸系共重合体、アルキド系、エポキシ系、ポリエステル系、ウレタン系、セルロース系等の分散樹脂または水溶性樹脂が挙げられる。工程(2)における水性樹脂の配合量は、顔料に対する配合量として、(A)顔料100重量部に対し5~200重量部が好ましい。

【0032】本発明において工程(2)における分散方法としては、水性媒体中に固形チップを投入し、ディンルバー、ハイスピードミキサー、ホモジナイザー等の分散機を用いて一定時間攪拌することが好ましい。この時、必要に応じて30℃~80℃の温度をかけることが望ましい。

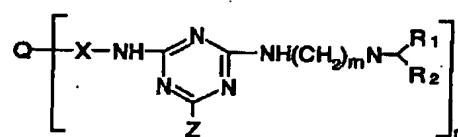
【0033】本発明において工程(1)または(2)では顔料の分散性を向上させるために、有機色素誘導体を添加することが好ましい。有機色素誘導体としては、下記一般式1または下記一般式2で示される化合物がある。

一般式1

【0034】

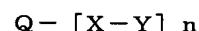
【化1】

【化1】



【式中、Qは有機色素残基、Xは直接結合、 $-\text{COOH}$ ・ $-\text{Y}_1$ または $-\text{SO}_2\text{NH}-\text{Y}_1$ -(Y_1 は置換基を有してもよいアルキレン基または置換基を有してもよいアリーレン基を表す)、Zは水酸基または $-\text{NH}-\text{(CH}_2)_n\text{NR}_1\text{R}_2$ (R_1 、 R_2 はそれぞれ独立に置換基を有してもよいアルキル基、mは1~6の整数を表す)、nは1~4の整数を表す。】

一般式2

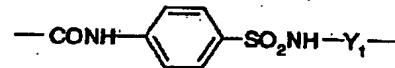


【式中、Qは有機色素残基、Xは直接結合、 $-\text{CONH}$ ・ $-\text{Y}_1$ ・ $-\text{SO}_2\text{NH}-\text{Y}_1$ ・ $-\text{CH}_2\text{NHCOCH}_2\text{NH}-\text{Y}_1$ ・

【0035】

【化2】

【化2】

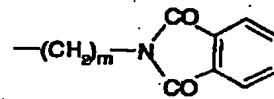


(Y_1 は上記と同じ意味を表す。) Yは $-\text{(CH}_2)_n\text{NR}_1\text{R}_2$ または

【0036】

【化3】

【化3】



(R_1 、 R_2 、mは上記と同じ意味を表す。) nは上記と同じ意味を表す。】

上記一般式中の有機色素残基としては、フタロシアニン系色素、アゾ系色素、アントラキノン系色素、キナクリドン系色素、ジオキサジン系色素、アントラビリミジン系色素、アンサンスロン系色素、インダンスロン系色素、フラバンスロン系色素、ペリレン・ペリノン系色素、チオインジゴ系色素、イソインドリノン系色素、ジケトピロロピロール系色素等の残基である。

【0037】上記の有機色素誘導体のうち $-\text{NR}_1\text{R}_2$ 基を有する塩基性有機色素誘導体が好ましい。

【0038】上記有機色素誘導体の顔料に対する配合

は、(A) 顔料100重量部に対して0.5~1.0重量部が好ましい。0.5重量部より少ないと効果が小さく好ましくない。また、1.0重量部より多く用いても用いた分の効果が得られなく塗膜性能に悪影響を及ぼす可能性がある。

【0039】本発明における工程(3)におけるメディア型分散機としては、特に限定されるものではないが、サンドミル、アトライター、DCPミル等のビーズミルを使用することが好ましい。またメディアとしては、ガラスピース、ジルコニアビーズ、アルミニナビーズ等が使用できる。

【0040】本発明の工程(3)において水性樹脂を必要に応じて添加することができる。水性樹脂としては前述した水性インキ、水性塗料に使用される公知のものの中から、(A) 顔料100重量部に対して固形分換算で1.0~1.000重量部を添加することが好ましい。特に、濃縮分散体として使用する場合、(A) 顔料100重量部に対して樹脂が固形分換算で1.0~2.00重量部が好ましく、塗料または印刷インキとして使用する場合は、(A) 顔料100重量部に対して樹脂が固形分換算で1.00~1.000重量部が好ましい。(A) 顔料100重量部に対して樹脂が1.0重量部より少ないと顔料が分散しにくくなり、1.000重量部より多いと着色が低いため塗料または印刷インキとしての使用に適さない場合がある。

【0041】本発明の水性顔料分散体を塗料または印刷インキとして使用する場合には、メラミン樹脂等の硬化剤樹脂や硬化触媒、界面活性剤等を添加しても良い。また必要に応じて防腐剤、粘着制御剤等の従来公知の添加剤を添加してもよい。

【0042】

【実施例】以下、本発明を実施例に基づいて説明する。例中、「部」「%」は「重量部」および「重量%」をそれぞれ表す。

【0043】製造例1

セバラブル4ロフラスコに温度制御用レギュレーター、冷却管、攪拌装置を取り付けてブチルカルビトール65.7部を仕込み、約95℃に昇温し反応容器内を窒素置換した後、滴下管よりアクリル酸20部、スチレン20部、エチルアクリレート30部、ブチルアクリレート10部、2-ヒドロキシエチルメタクリレート20部、2,2'-アゾビスイソブチロニトリル1部を2時間かけて滴下した。滴下終了後、更に3時間反応を継続し、Tg40℃の樹脂を得た。冷却後、ジメチルアミノエタノール19.8部、水63.5部を十分に攪拌しながら添加し、固形分40%の水性樹脂溶液(B1)を得た。

【0044】製造例2

セバラブル4ロフラスコに温度制御用レギュレーター、冷却管、攪拌装置を取り付けてブチルカルビトール65.7部を仕込み、約90℃に昇温し反応容器内を窒素

置換した後、滴下管よりメタクリル酸30部、エチルアクリレート25部、ブチルアクリレート30部、ブチルメタクリレート10部、4-ヒドロキシブチルアクリレート5部、2,2'-アゾビスイソブチロニトリル1部を2時間かけて滴下した。滴下終了後、更に3時間反応を継続し、Tg29℃の樹脂を得た。冷却後、ジメチルアミノエタノール24.8部、水58.5部を十分に攪拌しながら添加し、固形分40%の水性樹脂溶液(B2)を得た。

【0045】製造例3

セバラブル4ロフラスコに温度制御用レギュレーター、冷却管、攪拌装置を取り付けてブチルカルビトール65.7部を仕込み、約90℃に昇温し反応容器内を窒素置換した後、滴下管よりアクリル酸5部、スチレン10部、メチルメタクリレート5部、エチルアクリレート15部、ブチルアクリレート35部、2-ヒドロキシエチルメタクリレート30部、2,2'-アゾビスイソブチロニトリル1部を2時間かけて滴下した。滴下終了後、更に3時間反応を継続し、Tg16℃の樹脂を得た。冷却後、ジメチルアミノエタノール4.9部、水78.4部を十分に攪拌しながら添加し、固形分40%の水性樹脂溶液(B3)を得た。

【0046】製造例4

セバラブル4ロフラスコに温度制御用レギュレーター、冷却管、攪拌装置を取り付けてブチルカルビトール65.7部を仕込み、約90℃に昇温し反応容器内を窒素置換した後、滴下管よりアクリル酸10部、エチルアクリレート30部、ブチルアクリレート50部、2-ヒドロキシエチルメタクリレート10部、2,2'-アゾビスイソブチロニトリル1部を2時間かけて滴下した。滴下終了後、更に3時間反応を継続し、Tg-18℃の樹脂を得た。冷却後、ジメチルアミノエタノール9.9部、水73.4部を十分に攪拌しながら添加し、固形分40%の水性樹脂溶液(B4)を得た。

【0047】製造例5

セバラブル4ロフラスコに温度制御用レギュレーター、冷却管、攪拌装置を取り付けてブチルカルビトール65.7部を仕込み、約90℃に昇温し反応容器内を窒素置換した後、滴下管よりアクリル酸20部、エチルアクリレート30部、ブチルアクリレート10部、スチレン40部、2,2'-アゾビスイソブチロニトリル1部を2時間かけて滴下した。滴下終了後、更に3時間反応を継続し、Tg41℃の樹脂を得た。冷却後、ジメチルアミノエタノール19.8部、水63.5部を十分に攪拌しながら添加し、固形分40%の水性樹脂溶液(B5)を得た。

【0048】実施例1

工程(1)

下記混合物を2本ロールで20回処理し、固形分88%の固形チップを得た。

【0049】

顔料 (C. I. Pigment Blue 15:1)	10.0部
水性樹脂溶液 (B1)	6.0部
イオン交換水	0.2部
ブチルカルビトール	0.2部

工程 (2)

得られたチップを下記組成にて、ハイスピードミキサー

固体チップ	14.1部
ジメチルアミノエタノール	0.3部
ブチルカルビトール	2.0部
イオン交換水	25.0部

工程 (3)

上記分散物をサンドミルを用いて再分散した。

【0051】再分散後、下記組成にて水性塗料を作成し

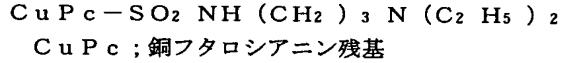
再分散物	41.4部
水性樹脂溶液 (B2)	64.0部
サイメル303*	12.2部
イオン交換水	7.4部
*サイメル303 (三井サイテック社製メチル化メラミン樹脂、固体分98%)	

得られた水性塗料を4ミルのフィルムアプリケーターでPETフィルム上に展色し、140°Cで30分間焼き付けた。

【0053】表1に示すように、分散粒度、塗膜光沢は本発明によるものの方が比較例よりも優れていた。

顔料 (C. I. Pigment Blue 15:1)	9.5部
有機色素誘導体a*	0.5部
水性樹脂溶液 (B1)	6.0部
イオン交換水	0.2部
ブチルカルビトール	0.2部

*有機色素誘導体a



工程 (2)

得られたチップを下記組成にて、ハイスピードミキサー

固体チップ	14.1部
ジメチルアミノエタノール	0.3部
ブチルカルビトール	2.0部
イオン交換水	25.0部

工程 (3)

上記分散物をサンドミルを用いて再分散した。

【0057】再分散後、下記組成にて水性塗料を作成し

再分散物	41.4部
水性樹脂溶液 (B2)	64.0部
サイメル303*	12.2部
イオン交換水	7.4部
*サイメル303 (三井サイテック社製メチル化メラミン樹脂、固体分98%)	

得られた水性塗料を4ミルのフィルムアプリケーターでPETフィルム上に展色し、140°Cで30分間焼き付

けた。

【0059】表1に示すように、分散粒度、塗膜光沢は

本発明によるものの方が比較例よりも優れていた。

【0060】比較例1

顔料 (C. I. Pigment Blue 15:1)	10.0部
水性樹脂溶液 (B1)	6.0部
イオン交換水	25.4部

分散後、下記組成にて水性塗料を作成した。

分散物	41.4部
水性樹脂溶液 (B2)	64.0部
サイメル303*	12.2部
イオン交換水	7.4部

*サイメル303 (三井サイテック社製メチル化メラミン樹脂、固形分98%)

)

得られた水性塗料を4ミルのフィルムアプリケーターで
PETフィルム上に展色し、140°Cで30分間焼き付
けた。

【0063】比較例2

顔料 (C. I. Pigment Blue 15:1)	10.0部
水性樹脂溶液 (B4)	6.0部
イオン交換水	0.2部
ブチルカルビトール	0.2部

工程 (2)

得られたチップを下記組成にて、ハイスピードミキサー
固形チップ
ジメチルアミノエタノール
ブチルカルビトール
イオン交換水

工程 (3)

上記分散物をサンドミルを用いて再分散した。
【0066】分散後、下記組成にて水性塗料を作成し
再分散物
水性樹脂溶液 (B2)
サイメル303*
イオン交換水
*サイメル303 (三井サイテック社製メチル化メラミン樹脂、固形分98%)

)

得られた水性塗料を4ミルのフィルムアプリケーターで
PETフィルム上に展色し、140°Cで30分間焼き付
けた。

【0068】比較例3

顔料 (C. I. Pigment Blue 15:1)	10.0部
水性樹脂溶液 (B5)	6.0部
イオン交換水	0.2部
ブチルカルビトール	0.2部

工程 (2)

得られたチップを下記組成にて、ハイスピードミキサー
固形チップ
ジメチルアミノエタノール
ブチルカルビトール
イオン交換水

工程 (3)

下記混合物をサンドミルを用いて分散した。

【0061】

分散物	41.4部
水性樹脂溶液 (B2)	64.0部
サイメル303*	12.2部
イオン交換水	7.4部

*サイメル303 (三井サイテック社製メチル化メラミン樹脂、固形分98%)

工程 (1)

下記混合物を2本ロールで、20回処理し、固形分88%
の固形チップを得た。

【0062】

顔料 (C. I. Pigment Blue 15:1)	10.0部
水性樹脂溶液 (B4)	6.0部
イオン交換水	0.2部
ブチルカルビトール	0.2部

で60分間分散した。

【0065】

分散物	14.1部
ジメチルアミノエタノール	0.3部
ブチルカルビトール	2.0部
イオン交換水	25.0部

た。

【0067】

分散物	41.4部
水性樹脂溶液 (B2)	64.0部
サイメル303*	12.2部
イオン交換水	7.4部

*サイメル303 (三井サイテック社製メチル化メラミン樹脂、固形分98%)

工程 (1)

下記混合物を2本ロールで、20回処理し、固形分88%
の固形チップを得た。

【0069】

顔料 (C. I. Pigment Blue 15:1)	10.0部
水性樹脂溶液 (B5)	6.0部
イオン交換水	0.2部
ブチルカルビトール	0.2部

で60分間分散した。

【0070】

分散物	14.1部
ジメチルアミノエタノール	0.3部
ブチルカルビトール	2.0部
イオン交換水	25.0部

50 上記分散物をサンドミルを用いて再分散した。

【0071】分散後、下記組成にて水性塗料を作成した。

再分散物	41.4部
水性樹脂溶液 (B2)	64.0部
サイメル303*	12.2部
イオン交換水	7.4部
*サイメル303 (三井サイテック社製メチル化メラミン樹脂、固体分98%)	

得られた水性塗料を4ミルのフィルムアプリケーターで
PETフィルム上に展色し、140°Cで30分間焼き付
けた。

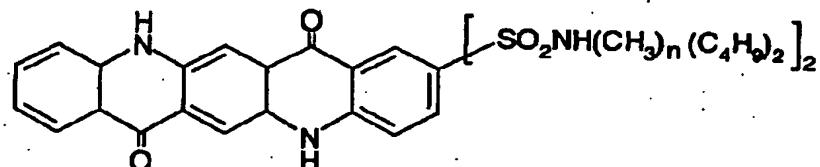
【0073】実施例3

顔料 (C. I. Pigment Violet 19)	9.7部
有機色素化合物b*	0.3部
水性樹脂溶液 (B1)	8.0部
イオン交換水	0.2部
ブチルカルビトール	0.2部

*有機色素化合物b

【0075】

【化4】



工程 (2)

得られたチップを下記組成にて、ハイスピードミキサー

で60分間分散した。

【0076】

固体チップ	15.3部
ジメチルアミノエタノール	0.3部
ブチルカルビトール	2.0部
イオン交換水	25.0部

工程 (3)

上記分散物をサンドミルを用いて再分散した。

た。

【0077】再分散後、下記組成にて水性塗料を作成し

【0078】

再分散物	42.6部
水性樹脂溶液 (B2)	62.0部
サイメル303*	12.2部
イオン交換水	8.2部
*サイメル303 (三井サイテック社製メチル化メラミン樹脂、固体分98%)	

得られた水性塗料を4ミルのフィルムアプリケーターで
PETフィルム上に展色し、140°Cで30分間焼き付
けた。

【0079】表1に示すように、分散粒度、塗膜光沢は

本発明によるものの方が比較例よりも優れていた。

【0080】比較例4

下記混合物をサンドミルを用いて分散した。

【0081】

顔料 (C. I. Pigment Violet 19)	10.0部
水性樹脂溶液 (B1)	8.0部
イオン交換水	24.6部

分散後、下記組成にて水性塗料を作成した。

分散物	42.6部
水性樹脂溶液 (B 2)	62.0部
サイメル303*	12.2部
イオン交換水	8.2部
*サイメル303 (三井サイテック社製メチル化メラミン樹脂、固形分98%)	

得られた水性塗料を4ミルのフィルムアプリケーターで
PETフィルム上に展色し、140°Cで30分間焼き付けた。

【0083】実施例4

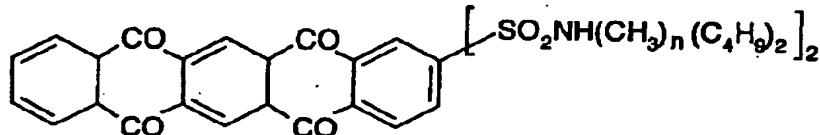
顔料 (C. I. Pigment Red 254)	9.5部
有機色素化合物b*	0.5部
水性樹脂溶液 (B 1)	10.0部
イオン交換水	0.2部
ブチルカルビトール	0.2部

*有機色素化合物b

【0085】

【化5】

【化5】



工程 (2)

得られたチップを下記組成にて、ハイスピードミキサー

で60分間分散した。

固体チップ	16.5部
ジメチルアミノエタノール	0.4部
ブチルカルビトール	2.0部
イオン交換水	25.0部

工程 (3)

上記分散物をサンドミルを用いて再分散した。

た。

【0086】再分散後、下記組成にて水性塗料を作成し

【0087】

再分散物	43.9部
水性樹脂溶液 (B 2)	60.0部
サイメル303	12.2部
イオン交換水	8.9部

得られた水性塗料を4ミルのフィルムアプリケーターで
PETフィルム上に展色し、140°Cで30分間焼き付けた。

本発明によるものの方が比較例よりも優れていた。

【0088】表1に示すように、分散粒度、塗膜光沢は

【0089】比較例5

顔料 (C. I. Pigment Red 254)	10.0部
水性樹脂溶液 (B 1)	10.0部
イオン交換水	23.9部

分散後、下記組成にて水性塗料を作成した。

【0090】

分散物	43.9部
水性樹脂溶液 (B 2)	60.0部

【0091】

サイメル303*

イオン交換水

*サイメル303 (三井サイテック社製メチル化メラミン樹脂、固形分98%)

得られた水性塗料を4ミルのフィルムアプリケーターで
PETフィルム上に展色し、140°Cで30分間焼き付
けた。

【0092】実施例5

顔料 (C. I. Pigment Red 177)

9. 9部

有機色素化合物c*

0. 1部

水性樹脂溶液 (B2)

7. 5部

イオン交換水

0. 2部

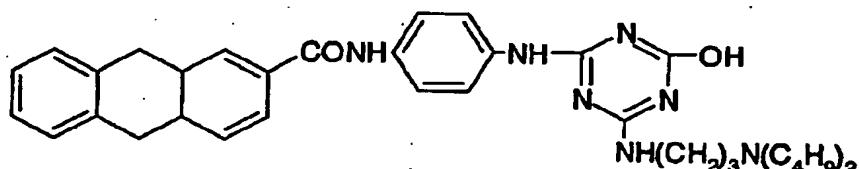
ブチルカルビトール

0. 2部

*有機色素化合物c

【0094】

【化6】



工程 (2)

得られたチップを下記組成にて、ハイスピードミキサー

で60分間分散した。

【0095】

14. 3部

固体チップ

0. 2部

ジメチルアミノエタノール

2. 2部

ブチルカルビトール

30. 0部

イオン交換水

工程 (3)

上記分散物をサンドミルを用いて再分散した。

た。

30 【0097】

【0096】再分散後、下記組成にて水性塗料を作成し

再分散物 46. 7部

水性樹脂溶液 (B2) 62. 5部

サイメル303* 12. 2部

イオン交換水 3. 6部

*サイメル303 (三井サイテック社製メチル化メラミン樹脂、固形分98%)

得られた水性塗料を4ミルのフィルムアプリケーターで
PETフィルム上に展色し、140°Cで30分間焼き付
けた。

【0098】表1に示すように、分散粒度、塗膜光沢は

顔料 (C. I. Pigment Red 177) 10. 0部

水性樹脂溶液 (B2) 7. 5部

イオン交換水 29. 2部

分散後、下記組成にて水性塗料を作成した。

【0101】

分散物 46. 7部

水性樹脂溶液 (B2) 62. 5部

サイメル303* 12. 2部

イオン交換水 3. 6部

*サイメル303 (三井サイテック社製メチル化メラミン樹脂、固形分98%)

12. 2部

8. 9部

*サイメル303 (三井サイテック社製メチル化メラミン樹脂、固形分98%)

工程 (1)

下記混合物を2本ロールで、20回処理し、固形分91%
の固形チップを得た。

【0093】

9. 9部

0. 1部

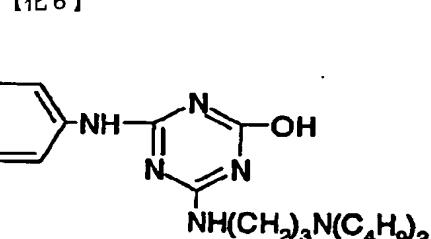
7. 5部

0. 2部

0. 2部

0. 2部

【化6】



で60分間分散した。

【0095】

14. 3部

0. 2部

2. 2部

30. 0部

固体チップ

0. 2部

ブチルカルビトール

3. 6部

イオン交換水

30 【0097】

ジメチルアミノエタノール

2. 2部

イオン交換水

3. 6部

*サイメル303 (三井サイテック社製メチル化メラミン樹脂、固形分98%)

た。

【0099】比較例6

40 下記混合物をサンドミルを用いて分散した。

【0100】

本発明によるものの方が比較例よりも優れていた。

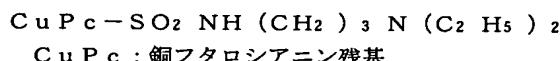
)

得られた水性塗料を4ミルのフィルムアプリケーターでPETフィルム上に展色し、140℃で30分間焼き付けた。

【0102】実施例6

顔料 (C. I. Pigment Green 36)	9.7部
有機色素化合物a*	0.3部
水性樹脂溶液 (B3)	6.0部
イオン交換水	0.2部
ブチルカルビトール	0.2部

*有機色素化合物a



工程(2)

得られたチップを下記組成にて、ハイスピードミキサー

工程(1)

下記混合物を2本ロールで、20回処理し、固形分93%の固形チップを得た。

【0103】

固形チップ	13.3部
ジメチルアミノエタノール	0.2部
ブチルカルビトール	2.0部
イオン交換水	30.0部

工程(3)

上記分散物をサンドミルを用いて再分散した。

で60分間分散した。

【0104】

再分散物	45.5部
水性樹脂溶液 (B2)	64.0部
サイメル303*	12.2部
イオン交換水	3.3部

*サイメル303 (三井サイテック社製メチル化メラミン樹脂、固形分98%)

)

得られた水性塗料を4ミルのフィルムアプリケーターでPETフィルム上に展色し、140℃で30分間焼き付けた。

【0107】表1に示すように、分散粒度、塗膜光沢は

本発明によるものの方が比較例よりも優れていた。

顔料 (C. I. Pigment Green 36)	10.0部
水性樹脂溶液 (B3)	6.0部
イオン交換水	29.5部

分散後、下記組成にて水性塗料を作成した。

【0108】比較例7

下記混合物をサンドミルを用いて分散した。

分散物	45.5部
水性樹脂溶液 (B2)	64.0部
サイメル303*	12.2部
イオン交換水	3.3部

*サイメル303 (三井サイテック社製メチル化メラミン樹脂、固形分98%)

)

得られた水性塗料を4ミルのフィルムアプリケーターでPETフィルム上に展色し、140℃で30分間焼き付けた。

【0109】

【0110】

例	顔料	2ロール 処理	2ロール 処理時の 樹脂Tg (°C)	化合物 記号	分散粒度 D ₅₀ (μm)	光沢 20° グロス (%)
比較例1	C.I. Pigment Blue 15:1 (フタロシアニン顔料)	なし	—	—	0.51	48.0
比較例2		あり	-18	—	0.45	52.7
比較例3		あり	41	—	0.44	55.1
実施例1		あり	40	—	0.36	67.5
実施例2		あり	40	a	0.83	73.2
比較例4	C.I. Pigment Violet 19 (キナクリドン顔料)	なし	—	—	0.65	28.9
実施例3		あり	40	b	0.39	69.2
比較例5	C.I. Pigment Red 254 (ジケトビロロビロール顔料)	なし	—	—	0.63	32.3
実施例4		あり	40	b	0.38	72.8
比較例6	C.I. Pigment Red 177 (アントラキノン顔料)	なし	—	—	0.25	70.5
実施例5		あり	28	c	0.16	100.8
比較例7	C.I. Pigment Green 36 (フタロシアニン顔料)	なし	—	—	0.50	40.8
実施例6		あり	16	a	0.22	79.5

分散粒度：日機試製マイクロトラックUPA-8340で測定

光沢：20° 变角光沢値

【0112】

【発明の効果】本発明により、インキおよび塗料など水性被覆性組成物に用いられる水系顔料分散体において、

非集合性、流動性などの使用適性および、塗布物の色調の鮮明性、光沢などを著しく向上させることができた。

フロントページの続き

(51) Int. Cl. 7	識別記号	F I	テマコード* (参考)
C 0 9 D 5/00		C 0 9 D 133/00	
11/00		C 0 8 J 3/03	C E Y
133/00			

(72) 発明者 板橋 正志
東京都中央区京橋二丁目3番13号 東洋インキ製造株式会社内

F ターム(参考) 4F070 AA18 AA29 AA32 AE04 CA03
CB02 CB12 FA04 FB06 FC07
4J002 BC011 BG071 BH021 FD096
GH01
4J037 AA02 AA11 AA12 AA13 AA15
AA16 AA17 AA22 AA30 CB28
CC01 CC13 CC15 CC16 CC17
CC23 CC24 CC26 DD23 EE08
EE28 EE43 FF15
4J038 EA011 GA03 KA08 KA15
MA08 MA10
4J039 AD03 AD06 AD08 AD09 AD10
AD11 AD13 AD14 AD20 BA04
BA13 BA23 BA31 BA34 BA35
BA36 BA37 BC17 BC19 BC33
BC35 BC36 BC39 BC50 BC52
BC54 BC60 BC65 BE01 BE12
CA06 DA02 DA05 DA08 EA33
EA44 EA45